

激光与光电子学进展

微热压制备石墨碳化硅陶瓷复合材料

吴海华*, 刘智, 钟强, 康怡, 杨增辉, 魏恒, 郝佳欢, 戟运鑫

三峡大学机械与动力学院, 湖北 宜昌 443002

摘要 以天然鳞片石墨粉末为原材料、热固性酚醛树脂为黏结剂, 基于微热压技术原理实现了石墨碳化硅陶瓷复合材料快速制备, 重点研究混合粉末组成对其抗压强度、导热性能的影响。研究表明, 当天然鳞片石墨粉末质量分数为 85%、热固性酚醛树脂质量分数为 15%, 高纯硅粉、短切碳纤维、中间碳微球质量分数分别为 25%、4%、21% 时, 石墨碳化硅陶瓷复合材料抗压强度、导热系数分别达到 30.82 MPa、21.65 W/m·K; 并测试其热膨胀系数和抗氧化性能, 在 1200 °C 条件下, 其氧化失重为 23.679%、热膨胀系数为 $3.14 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 。该复合材料有望代替石墨铸型材料, 在铸造行业获得应用。

关键词 石墨碳化硅陶瓷; 微热压; 抗压强度; 导热系数; 性能

中图分类号 TB332

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP230647

Graphite Silicon Carbide Ceramic Composite Made Using Micro-Hot Pressing Additive

Wu Haihua*, Liu Zhi, Zhong Qiang, Kang Yi, Yang Zenghui, Wei Heng, Hao Jiahuan, Ji Yunxin

College of Mechanical and Power Engineering, China Three Gorges University, Yichang 443002, Hubei, China

Abstract In this paper, based on the principle of micro-hot pressing additive manufacturing technology, rapid preparation of graphite silicon carbide ceramic composites is achieved, using natural flake graphite powder as the raw material and thermosetting phenolic resin as the adhesive. Particular focus is placed on the composition of mixed powder, and how this affects its compressive strength and thermal conductivity. The results show that when the natural flake graphite powder and the thermosetting phenolic resin is fixed at 85% and 15%, respectively, the mass fractions of high purity silica powder, short carbon fiber, and intermediate carbon microspheres is 25%, 4% and 21%, respectively. The compressive strength and thermal conductivity of the graphite silicon carbide ceramic composite is 30.82 MPa and 21.65 W/m·K, respectively. By testing the thermal expansion coefficient and oxidation resistance of the composite at 1200 °C, the oxidation weight loss and the thermal expansion coefficient is determined to be 23.679% and $3.14 \times 10^{-6} / \text{K}$, respectively. This composite material is expected to replace graphite casting and be applied in the casting industry.

Key words graphite silicon carbide ceramics; micro-hot pressing; compressive strength; thermal conductivity; performance

1 引言

天然鳞片石墨拥有优良的导电、耐腐蚀、自润滑等优异的物理化学性能, 被广泛应用于航空、航天、化工等领域, 然而, 天然鳞片石墨是一种典型的不加工不成形的矿产资源, 存在质轻易碎、自黏结能力弱等问题, 需添加各种黏结剂如有机物或陶瓷或金属才能使之成形^[1-5]。在有关石墨/陶瓷复合材料成形技术方面, 目

前研究者提供了多种工艺方法。Chen 等^[6]将石墨粉和 Si_3N_4 粉混合均匀, 再利用凝胶注模工艺制成素坯, 除去凝胶剂, 采取放电等离子烧结 (SPS) 方法, 获得石墨/SiC 陶瓷复合材料, 其抗压强度和热导率分别达到了 135 MPa 和 140 W/m·K。Han 等^[7]以天然鳞片石墨粉末为原材料, SiC 为增强相, 利用热压烧结法制备了石墨/SiC 复合材料, 当 SiC 体积分数为 30% 时, 其弯曲强度可达 127 MPa。李双等^[8]以双峰碳化硅、炭黑

收稿日期: 2023-02-16; 修回日期: 2023-03-20; 录用日期: 2023-04-07; 网络首发日期: 2023-04-17

通信作者: *wuhaihua@ctgu.edu.cn

为原材料,短切碳纤维为增强相,采用反应烧结法制备了短切碳纤维增强碳化硅复合材料,研究发现,当短切碳纤维体积分数为 30% 时,其弯曲强度达到 416 MPa。Xia 等^[9]以 SiC 粉和中间相碳微球(MCMB)颗粒为原料,先将 MCMB 颗粒预氧化、SiC 粉在乙醇中球磨后干燥,然后将两种粉末在 100 MPa 压力下预压成型,最后在 1600 °C 下熔融渗 Si 与 MCMB 在其外表面反应生成 SiC,获得 SiC/MCMB 复合材料。研究表明,当 SiC 加入量的质量分数为 10% 时,复合材料的抗弯强度为 247 MPa。钟磊等^[10]对天然鳞片粉末微热压成形机理进行了研究。研究了成形密度、单元层厚度、黏结剂加入量对石墨件层间结合状态的影响,研究表明,当成形密度为 1.5 g/cm³、黏结剂含量为 15%、单元层厚度为 4 mm 时,所制备的石墨件层间结合状态达到最佳效果。

加入 SiC 等陶瓷以及短切碳纤维可以改善石墨综合性能,但目前采取热等静压、热压烧结、复压复烧等方式,需要数量众多且价格昂贵的工艺装备予以保证,工艺过程复杂、能耗大、成形效率低下,极大地增加了成本。

本文在前期研究基础上,以天然鳞片石墨粉末为原材料,热固性酚醛树脂粉末为黏结剂采用微热压技术制备素坯再进行常压烧结,研究高纯硅粉(a)、短切碳纤维(b)、中间相碳微球(c)加入量对石墨陶瓷复合材料抗压强度和导热系数的影响,揭示内在机理,以期低成本快速制备出石墨碳化硅陶瓷复合材料。

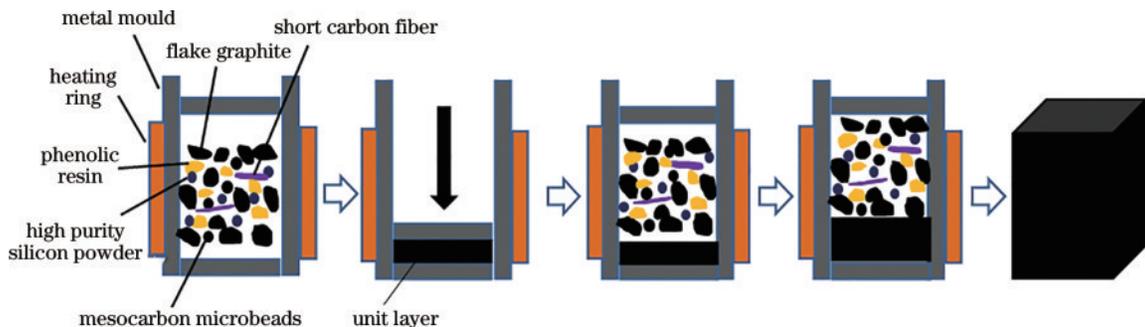


图1 石墨粉末微热压成形工艺过程

Fig. 1 Process of graphite powder micro-hot pressing additive forming

称取适量的混合粉末,利用刮平装置将其在金属模具中铺平,加热加压(热压温度为 120 °C),严格控制压缩距离和加热及保压时间,获得成形密度为 1.5 g/cm³ 的单元层,重复上述工艺过程,获得素坯。高温烧结工艺如下:将素坯放入 NT/ZKTH-50-150 型真空炭化炉中,抽真空至 100 Pa 以下,以 120~180 °C/h 升温至 300 °C,通入高纯氮气,以 30~60 °C/h 缓慢升温至 800 °C,再以 60~120 °C/h 升温至 1500 °C,保温 1 h,随炉冷却,并取出试样。

2.3 性能测试与表征

利用 WDW-100E 型微控电子万能试验机(济南科汇实验设备有限公司提供)测定抗压强度,参照 GB/T

2 实验

2.1 实验材料

天然鳞片石墨粉末(固定碳 $\geq 99\%$,灰分 $\leq 0.5\%$, $D_{50}=56.61\ \mu\text{m}$,由青岛兴华石墨制品有限公司提供),热固性酚醛树脂粉末(SG-3130, $D_{50}=22.94\ \mu\text{m}$,由上海澳通实业有限公司提供),高纯硅粉(纯度 $>99\%$, $D_{50}=28.14\ \mu\text{m}$,由国药控股有限公司提供),短切碳纤维(纯度 $>99.99\%$, $D_{50}=37.5\ \mu\text{m}$,由中国冶金研究院提供),中间相碳微球(灰分 8.5%, $D_{50}=30\ \mu\text{m}$,由广州纳诺化学技术有限公司提供)。

实验共分为 3 个部分。以天然鳞片石墨粉末为原材料,热固性酚醛树脂为黏结剂,固定天然鳞片石墨粉末质量分数为 85%(下同)、热固性酚醛树脂质量分数为 15%(下同)。第一部分:改变高纯硅粉加入量的质量分数;第二部分:在确定高纯硅粉加入量的质量分数后,改变短切碳纤维加入量的质量分数;第三部分:在确定短切碳纤维加入量的质量分数后,改变中间相碳微球加入量的质量分数;各混合粉末配方皆采用微热压工艺制备素坯,然后进行常压烧结,测试其抗压强度和导热系数。

2.2 试样制备

首先利用微热压成形技术制备素坯,然后对素坯进行高温常压烧结处理。微热压成形工艺过程如图 1 所示。

13465.3-2014 进行测试^[11],试样尺寸为 30 mm \times 30 mm \times 30 mm,实验时,压头以 15 mm/min 均匀且无冲击地施加载荷,每组有效个数为 6 个,以设备读数为准,取其平均值;利用 DRE-III 型导热系数测量仪(湘潭湘仪仪器有限公司提供)测试试样(试样尺寸为 30 mm \times 30 mm \times 10 mm,每组 3 个)XY 轴方向的导热系数;参照 GB/T 24529-2009 测试试样开气孔率^[12];利用日本电子 JSM-7500F 型冷场发射扫描电子显微镜观察试样微观组织形貌;采用 Rigaku Ultima IV 型 X 射线衍射仪分析(日本理学)物相组成;利用瑞士-梅特勒-TGA/DSC3+ 测试试样抗氧化性;利用 DIL402C 型热膨胀系数测试仪测试试样热膨胀系数。

3 结果分析与讨论

3.1 高纯硅粉加入量对试样性能影响

图 2(a)为高纯硅粉加入量的质量分数对试样抗压强度和导热系数的影响。随着高纯硅粉加入量的质量分数的增大,试样抗压强度和导热系数均呈上升趋势

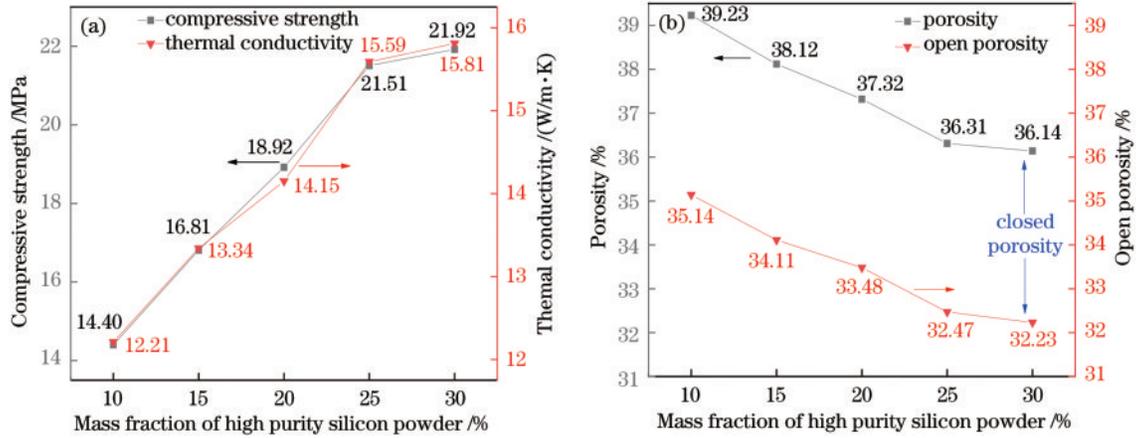


图 2 高纯硅粉加入量的质量分数对试样性能的影响。(a)对抗压强度和导热系数的影响;(b)对气孔率和开气孔率的影响
Fig. 2 Effect of the mass fraction of high purity silica powder on the properties of samples. (a) Impact on compressive strength and thermal conductivity; (b) impact on porosity and open porosity

高温下高纯硅粉与热固性酚醛树脂所形成的活性树脂碳发生原位反应,生成交联状的碳化硅晶须,该过程伴随一定的体积膨胀,填补在石墨片间和孔隙中,提高试样致密性,如图 3 所示。由图 2(b)可知,当高纯硅粉加入量的质量分数从 10% 增加至 30%,试样气孔率和开气孔率均呈下降趋势,气孔率由 39.23% 下降至 36.14%;开气孔率由 35.14% 下降至 32.23%,这说明

势。当高纯硅粉加入量的质量分数从 10% 增加至 30% 时,导热系数从 12.21 W/m·K 提升至 15.81 W/m·K,提升幅度为 28.69%;而抗压强度从 14.40 MPa 提升至 21.92 MPa,提升幅度为 52.2%,相较于未添加高纯硅粉试样抗压强度(11.13 MPa)有着明显提升。

材料越来越致密,从而试样抗压强度和导热系数得以提高。此外,碳化硅晶须起到了弥散强化作用,当混合粉末中高纯硅粉加入量的质量分数不断增大时,部分树脂碳网络骨架被碳化硅网络骨架替代,外加载荷会通过碳化硅网络骨架得到传递,从而使得试样抗压强度不断升高^[13]。

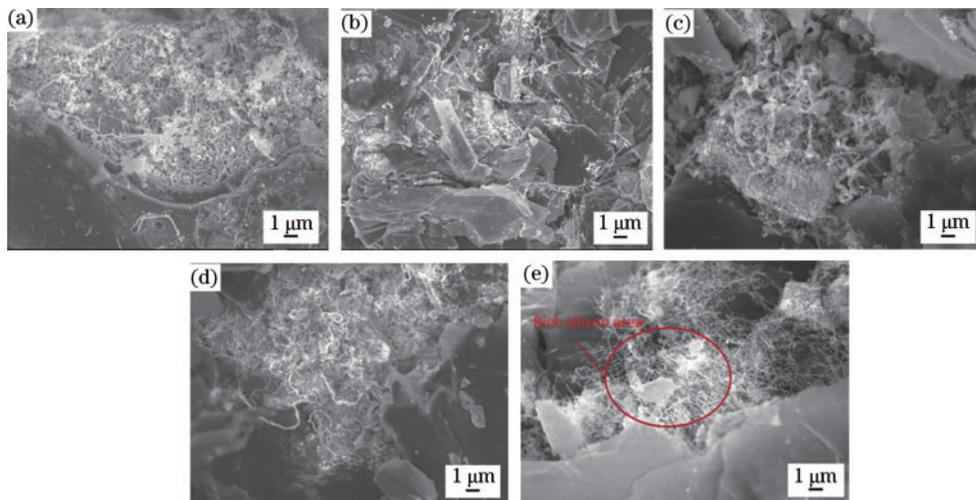


图 3 高温烧结后试样形貌图。(a) a=10%;(b) a=15%;(c) a=20%;(d) a=25%;(e) a=30%
Fig. 3 Morphology of samples sintered at high temperature. (a) a=10%; (b) a=15%; (c) a=20%; (d) a=25%; (e) a=30%

不同高纯硅粉加入量的质量分数试样 X 射线衍射(XRD)图,如图 4 所示。由图 4 可知,复合材料中的相包括石墨相、碳化硅相、硅相(30% Si)。随着高纯硅粉加入量的质量分数从 10% 增加到 30%,碳化硅峰相对

强度逐渐上升,而石墨峰相对强度逐渐降低,这说明试样中生成碳化硅含量随高纯硅粉加入量的质量分数增大而增加,在试样微观形貌图 3 中也可以看出,碳化硅晶须的数量随高纯硅粉加入量的质量分数的增大而变

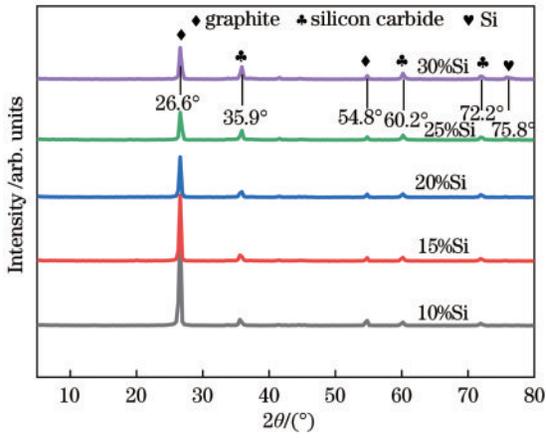


图 4 不同高纯硅粉含量试样 XRD 图

Fig. 4 XRD patterns of samples with different contents of high purity silica powder

得越来越多,且所生成晶须越加粗大,这与 XRD 图分析结果一致。当然,碳化硅的含量还与树脂碳含量有关,硅、碳相对原子质量比为 28:12,实验中热固性酚醛树脂(残碳率 66.7%)加入量的质量分数为 15%,当

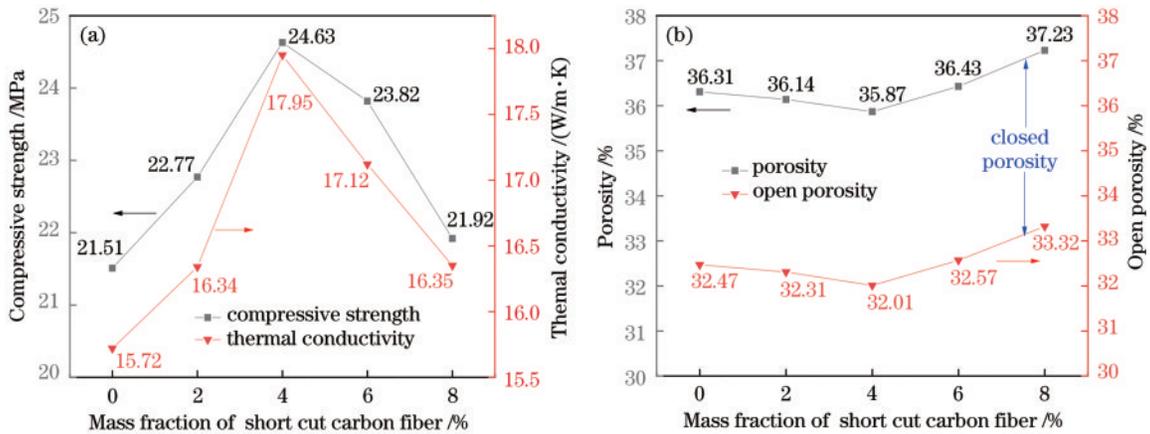


图 5 短切碳纤维加入量的质量分数对试样性能的影响。(a)对抗压强度和导热系数的影响;(b)对气孔率和开气孔率的影响

Fig. 5 Effect of the mass fraction of cut carbon fiber on the properties of sample. (a) Impact on compressive strength and thermal conductivity; (b) impact on porosity and open porosity

当短切碳纤维加入量的质量分数由 4% 增加至 8% 时,试样抗压强度和导热系数均呈下降趋势,试样抗压强度和导热系数分别降低至 21.92 MPa、16.35 W/m·K。这是因为当短切碳纤维加入量的质量分数超过 4% 时,短切碳纤维会出现团聚、相互搭桥现象,如图 6(d)、图 6(e) 所示,使得试样孔隙率上升,如图 5(b) 所示,从而导致试样缺陷增多、致密性降低,电子散射增强^[16-17],故抗压强度和导热系数均呈下降趋势。

3.3 中间相碳微球加入量对试样性能影响

图 7(a) 为中间相碳微球加入量的质量分数对试样抗压强度和导热系数的影响。随着中间相碳微球加入量的质量分数逐渐增大,试样抗压强度和导热系数均呈先增大后减小的趋势。当中间相碳微球加入量的

高纯硅粉加入量的质量分数为 30% 时,高温烧结时没有足够的树脂碳与其发生原位反应,会出现局部富硅的情况如图 3(e) 所示,导致试样性能提升不大。这与高纯硅粉加入量的质量分数为 30% 的试样 XRD 图中有较弱的硅峰存在相吻合。

3.2 短切碳纤维加入量对试样性能影响

图 5(a) 为短切碳纤维加入量的质量分数对试样抗压强度和导热系数的影响。随着短切碳纤维加入量的质量分数逐渐增大,试样抗压强度和导热系数呈先增大后减小的趋势。当短切碳纤维加入量的质量分数从 0% 增加至 4% 时,试样的抗压强度和导热系数分别从 21.51 MPa 提升至 24.63 MPa, 15.72 W/m·K 提升至 17.95 W/m·K。这是因为短切碳纤维以包埋或嵌入的方式存在于石墨片间,如图 6(b)、图 6(c) 所示,其与周围石墨片连接在一起,增加了界面结合强度^[14],从而提高了试样抗压强度;此外,碳纤维材料本身具有良好的导热性能^[15],且在试样内部会搭接在鳞片石墨之间,增加了导热通路,从而提高了试样导热系数。

质量分数从 0% 增加至 21% 时,试样抗压强度和导热系数分别从 24.63 MPa 提高至 30.82 MPa, 17.95 W/m·K 提升至 21.65 W/m·K。这是因为中间相碳微球球度很高,其填充到石墨片间,在温度和压力的作用下,为黏稠态酚醛树脂在石墨片间流动提供了更好的通道,提高了有效黏结力^[18];其次,中间相碳微球具有良好自烧结特性,高温烧结时,其表面含有一定量的 β 树脂转变为活性较好的衍生碳,与高纯硅粉发生原位烧结反应生成碳化硅晶须^[19],填充了孔隙,提升了试样致密性,如图 7(b) 所示,并为局部碳化硅网络的形成提供了更有利的条件;同时,中间相碳微球烧结伴随有较大的局部体积收缩,故抗压强度和导热系数均在提高。

当中间相碳微球加入量的质量分数从 21% 增加至 27% 时,试样抗压强度和导热系数分别下降至

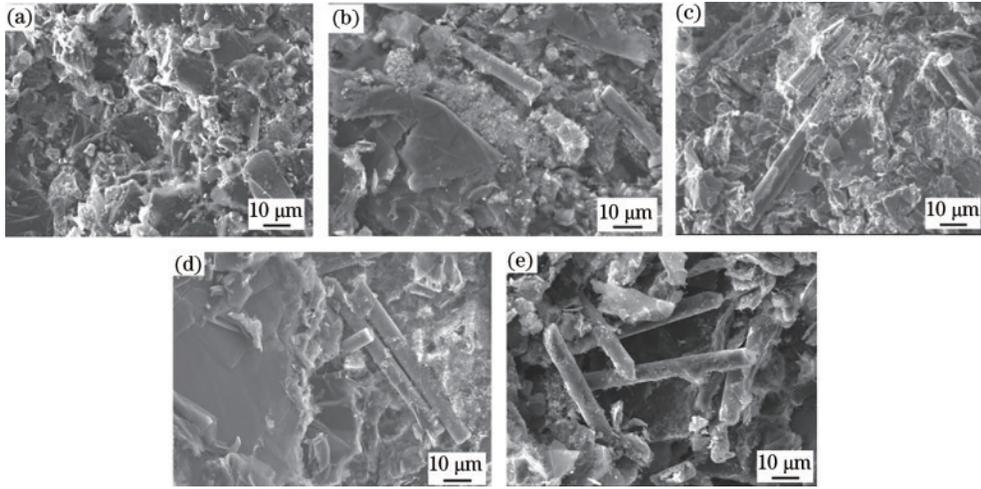


图 6 高温烧结后试样形貌图。(a) $b=0\%$; (b) $b=2\%$; (c) $b=4\%$; (d) $b=6\%$; (e) $b=8\%$

Fig. 6 Morphology of samples sintered at high temperature. (a) $b=0\%$; (b) $b=2\%$; (c) $b=4\%$; (d) $b=6\%$; (e) $b=8\%$

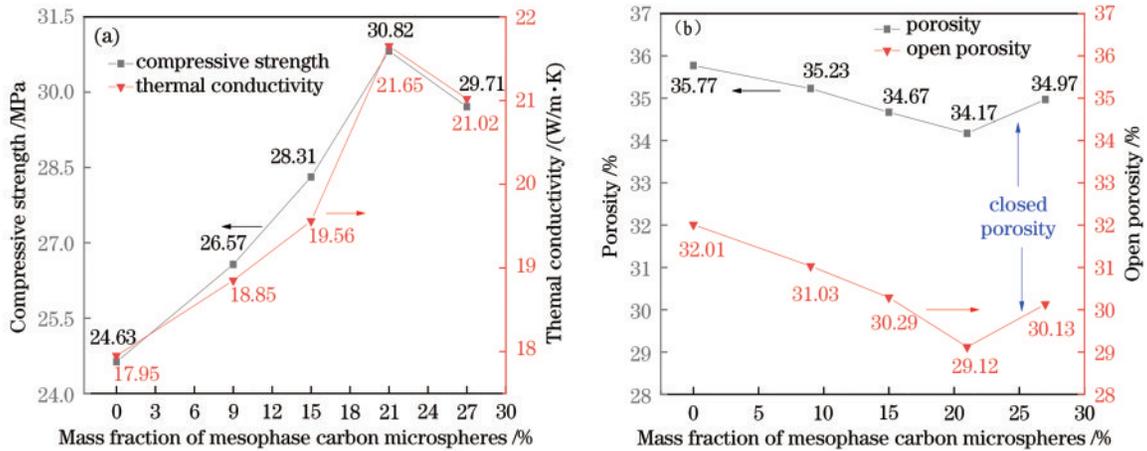


图 7 中间相碳微球加入量的质量分数对试样性能的影响。(a) 对抗压强度和导热系数的影响; (b) 对气孔率和开气孔率的影响

Fig. 7 Effect of the mass fraction of mesophase carbon microspheres on the properties of samples. (a) Impact on compressive strength and thermal conductivity; (b) impact on porosity and open porosity

29.71 MPa 和 21.02 W/m·K。这是因为中间相碳微球含有一定的挥发分,其热重差热分析方法(TG-DSC)曲线如图 8 所示,当其经过 1500 °C 烧结后,失重率达 14.47%,当加入量达 27% 时,局部体积收缩更剧烈,同时试样失重率更高,孔隙率开始上升,如图 7(b) 所示,其正向增强作用低于局部收缩和失重率所致负

向增强作用。由图 9(e) 可知,当中间相碳微球加入量的质量分数为 27% 时,相较于加入量的质量分数为 21% 的微观形貌中,其所形成的孔隙开始变大,致密性下降。

4 石墨碳化硅陶瓷复合材料与石墨铸型材料性能对比

表 1 为石墨碳化硅陶瓷复合材料与石墨铸型材料性能对比。石墨碳化硅陶瓷复合材料的热膨胀系数能与石墨铸型热膨胀系数相匹配,石墨碳化硅陶瓷复合材料热膨胀系数为 $(1.96\sim 3.14)\times 10^{-6} K^{-1}$,石墨铸型材料热膨胀系数为 $(0.5\sim 4)\times 10^{-6} K^{-1}$;如图 10 所示,石墨碳化硅陶瓷复合材料相较于石墨铸型材料而言,其抗氧化性能得到了增强;主要因为复合材料中生成了碳化硅陶瓷相,而碳化硅在空气中加热到 1000 °C 以上时,仅在其表面氧化,生成一层 SiO₂ 薄膜,这层 SiO₂ 薄膜能阻碍氧向试样内部扩展的速度,减缓试样氧化速度^[20-21]。复合材料在 1200 °C 时氧化失重达到

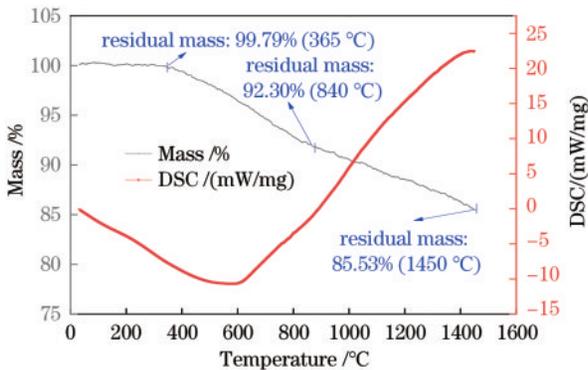


图 8 中间相碳微球 TG-DSC 曲线图

Fig. 8 TG-DSC curve of mesophase carbon microspheres

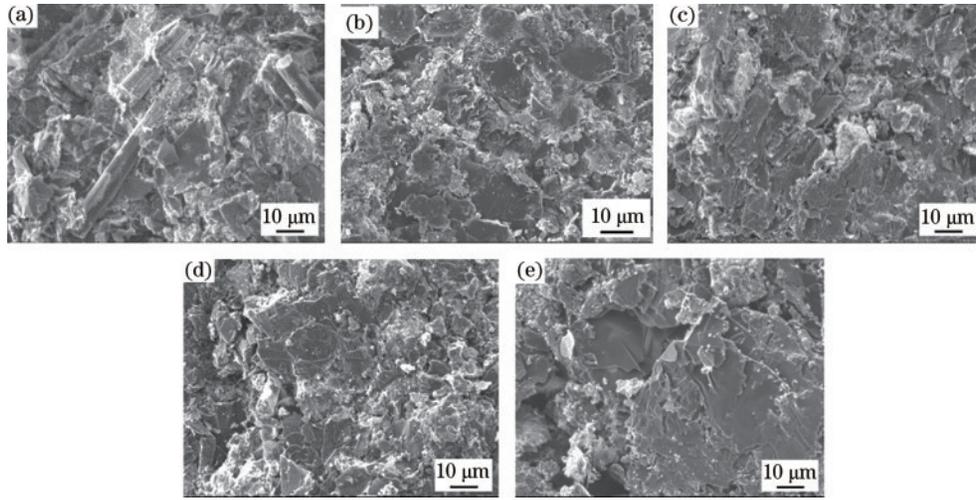


图 9 高温烧结后试样形貌图。(a) $c=0\%$; (b) $c=9\%$; (c) $c=15\%$; (d) $c=21\%$; (e) $c=27\%$
 Fig. 9 Morphology of sample after sintering. (a) $c=0\%$; (b) $c=9\%$; (c) $c=15\%$; (d) $c=21\%$; (e) $c=27\%$

表 1 石墨/碳化硅复合材料与石墨铸型材料性能对比
 Table 1 Comparison of properties of graphite/silicon composites casting materials

	Forming density / ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	Thermal conductivity / ($\text{W} \cdot \text{m} \cdot \text{K}$)	Compressive strength / MPa	Thermal expansivity / (10^{-6}K^{-1})	Antioxidant weight loss rate / %
Graphite/silicon carbide composite material	1.5	21.65	30.82	1.96-3.14	23.679
Graphite casting material	1.6-1.8 ^[22]	50.00	45.00	0.50-4.00 ^[22]	41.700

注：石墨碳化硅陶瓷复合材料配方为天然鳞片石墨 85%、热固性酚醛树脂 15%、高纯硅粉 25%、短切碳纤维 4%、中间相碳微球 21%。

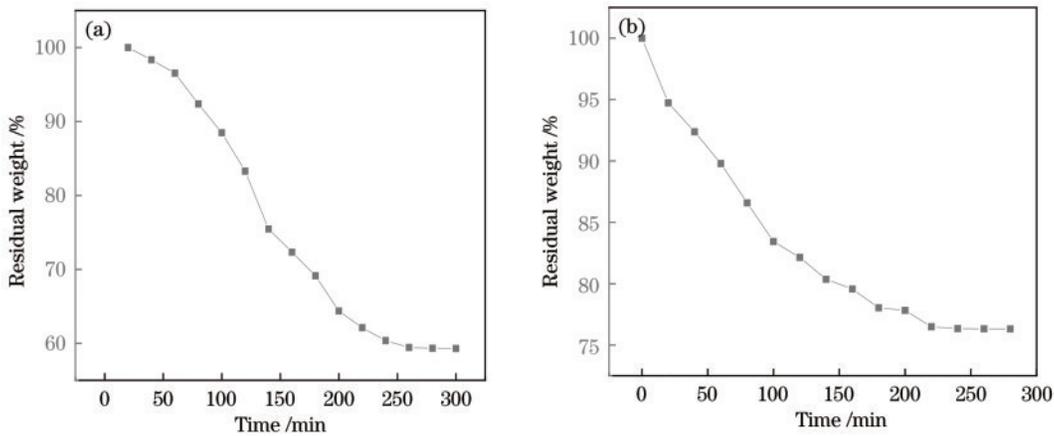


图 10 两种材料在 1200 °C 条件下的氧化失重曲线。(a) 石墨/碳化硅陶瓷复合材料; (b) 石墨铸型材料
 Fig. 10 Oxidation weight loss curves of two materials at 1200 °C. (a) Graphite/sic ceramic composite samples; (b) graphite cast material samples

23.68%，主要因为复合材料中碳纤维在 900 °C 以前极易被氧化^[23]，且试样仍还有较高孔隙率(29.12%)，在空气中，氧更能扩散至试样内部，使得氧化严重。

石墨碳化硅陶瓷复合材料抗压强度和导热系数与石墨铸型还有一定差距，主要原因是微热压制备的复合材料成形密度低于石墨铸型，而且本文所制备复合材料经高温烧结后，还有较高孔隙率(29.12%)，并没有进行浸渍致密化处理。因此在工艺方法上微热压制造具有工艺周期短、设备成本低等优点。

5 结 论

1) 高纯硅粉与树脂碳发生原位反应生成碳化硅晶须，其伴随一定的体积膨胀，填充在石墨片间，但过多加入，会形成富硅区，对材料性能提升效果不大，反而增加了成本。

2) 适量短切碳纤维以包埋或嵌入的方式存在于石墨和碳化硅基体之间，增加了界面结合强度，但过多的加入会发生团聚现象，增加复合材料的缺陷，从而阻

碍材料性能提高。

3) 中间相碳微球高温烧结后,伴随一定的局部体积收缩,其表面含有一定量的 β 树脂, β 树脂转变为活性较好的衍生碳能与高纯硅粉发生原位反应生成碳化硅晶须,填充孔隙;当加入量过多时,因为中间相碳微球含有一定量的挥发分,烧结后试样失重率更高,导致样品孔隙率开始上升,复合材料性能反而降低。

4) 石墨碳化硅陶瓷复合材料有望代替石墨铸型材料,在铸造行业获得应用;此外,微热压技术用于制备石墨/碳化硅陶瓷复合材料具有较高可行性,其不但装备成本低,而且工艺周期短,为石墨/碳化硅陶瓷复合材料的制备以及天然鳞片石墨的开发和利用提供了新的思路。

参 考 文 献

- [1] 刘洪波. 天然石墨与人造石墨刍议[J]. 高科技与产业化, 2014(2): 44-49.
Liu H B. Discussion on natural graphite and artificial graphite[J]. High-Technology & Commercialization, 2014 (2): 44-49.
- [2] 张晓钰, 谢文琦, 史忠旗, 等. 陶瓷增强石墨复合材料研究进展[J]. 现代技术陶瓷, 2021, 42(S1): 98-111.
Zhang X Y, Xie W Q, Shi Z Q, et al. Progress of ceramic reinforced graphite composites[J]. Advanced Ceramics, 2021, 42(S1): 98-111.
- [3] 王健君, 田凯, 陈智君, 等. 超音速激光沉积石墨/Cu复合涂层微观结构及耐磨损性能[J]. 中国激光, 2021, 48(18): 1802015.
Wang J J, Tian K, Chen Z J, et al. Microstructure and wear resistance of graphite/Cu composite coating prepared by supersonic laser deposition[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(18): 1802015.
- [4] 马超, 王存山. 镍包石墨对激光熔覆镍基合金涂层组织和性能的影响[J]. 中国激光, 2013, 40(8): 0803003.
Ma C, Wang C S. Influence of graphite/Ni on microstructure and properties of laser clad Ni-based alloy coatings[J]. Chinese Journal of Lasers, 2013, 40(8): 0803003.
- [5] 何柏林, 孙佳. 碳纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展及应用[J]. 硅酸盐通报, 2009, 28(6): 1197-1202, 1207.
He B L, Sun J. Progress and application of carbon fibers reinforced silicon carbide ceramic matrix composites[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2009, 28(6): 1197-1202, 1207.
- [6] Chen W W, Tojo T, Miyamoto Y. SiC ceramic-bonded carbon fabricated with Si_3N_4 and carbon powders[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2012, 9(2): 313-321.
- [7] Han Y J, Yan Q Z, Li X H. A simple way to prepare silicon carbide reinforced graphite composite lubricating materials[J]. Journal of Wuhan University of Technology, 2015, 30(2): 288-291.
- [8] 李双. 短纤维增强反应烧结碳化硅的制备与性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2013.
Li S. Preparation and properties of short fiber reinforced reactive sintered silicon carbide[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013.
- [9] Xia H Y, Wang J P, Jin H Y, et al. Fabrication and properties of reaction-formed SiC by infiltrating molten Si into mesocarbon microbeads-based carbon preform[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 528(1): 283-287.
- [10] 吴海华, 钟磊, 贺俊超, 等. 天然鳞片石墨粉末的微热压成形工艺[J]. 材料热处理学报, 2022, 43(3): 160-167.
Wu H H, Zhong L, He J C, et al. Micro hot-pressing forming process of natural flake graphite powder[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2022, 43 (3): 160-167.
- [11] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 炭素材料显气孔率的测定方法: GB/T 24529—2009[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Carbon materials: determination of open porosity: GB/T 24529—2009[S]. Beijing: Standards Press of China, 2010.
- [12] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 不透性石墨材料试验方法 第3部分: 抗压强度: GB/T 13465.3—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Test method of impermeable graphite materials: part 3: compress strength: GB/T 13465.3—2014[S]. Beijing: Standards Press of China, 2015.
- [13] 韩永军, 李青彬, 燕青芝, 等. 反应烧结制备碳化硅增强石墨复合材料及其性能[J]. 新型炭材料, 2015, 30(1): 92-96.
Han Y J, Li Q B, Yan Q Z, et al. Properties of silicon carbide-reinforced graphite composites prepared by a reactive sintering method[J]. New Carbon Materials, 2015, 30(1): 92-96.
- [14] 李琳. 短纤维增强复合材料的制备及其力学性能研究[D]. 长春: 吉林大学, 2019: 29-36.
Li L. Preparation and mechanical properties of short fiber reinforced composites[D]. Changchun: Jilin University, 2019: 29-36.
- [15] 谭媛, 韩香, 齐肖阳. 碳纤维材料的应用研究进展[J]. 山东化工, 2021, 50(13): 46-47.
Tan Y, Han X, Qi X Y. Research progress in application of carbon fiber materials[J]. Shandong Chemical Industry, 2021, 50(13): 46-47.
- [16] 韩永军. 高强石墨基复合材料的低成本制备与性能研究[D]. 北京: 北京科技大学, 2015: 30-37.
Han Y J. Study on low-cost preparation and properties of high-strength graphite matrix composites[D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2015: 30-37.
- [17] 孟祥瑞. 短切碳纤维增强 Cf/SiC 复合材料制备与性能

- 研究[D]. 上海: 中国科学院上海硅酸盐研究所, 2019.
- Meng X W. Preparation and properties of chopped carbon fiber reinforced Cr/SiC composites[D]. Shanghai: Shanghai Institute of Silicate, Chinese Academy of Sciences, 2019.
- [18] 于银萍, 赵亚楠, 李宝嵩, 等. 中间相炭微球的研究进展[J]. 炭素, 2020(3): 38-42, 47.
- Yu Y P, Zhao Y N, Li B S, et al. Research progress of mesophase carbon microspheres[J]. Carbon, 2020(3): 38-42, 47.
- [19] 丁乐. 中间相炭微球(MCMB)制备高密度高强度炭/石墨材料研究[D]. 长沙: 湖南大学, 2018.
- Ding L. Study on preparation of high density and high strength carbon/graphite materials by mesophase carbon microspheres (MCMB)[D]. Changsha: Hunan University, 2018.
- [20] 魏彤, 范壮军, 刘朗. 陶瓷/石墨复合材料的制备及高温氧化性能[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(S1): 823-825.
- Wei T, Fan Z J, Liu L. Study on the preparation of ceramic/graphite composites and their oxidation resistance at high temperature[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2007, 36(S1): 823-825.
- [21] 李少峰. 碳化硅陶瓷复合材料的制备及抗氧化行为[J]. 陶瓷学报, 2021, 42(6): 1018-1025.
- Li S F. Preparation and antioxidant behavior of silicon carbide ceramic composites[J]. Journal of Ceramics, 2021, 42(6): 1018-1025.
- [22] 苏贵桥, 谢华生, 张春辉, 等. 钛合金薄壁件铸造用石墨铸型红外预热工艺的研究[J]. 铸造, 2004, 53(3): 194-196.
- Su G Q, Xie H S, Zhang C H, et al. Study on infrared preheating process of graphic mould for thin-walled titanium-alloy casting[J]. Foundry, 2004, 53(3): 194-196.
- [23] 唐汉玲, 曾燮榕, 熊信柏, 等. 短切碳纤维增强碳化硅复合材料的氧化性能研究[J]. 无机材料学报, 2009, 24(2): 305-309.
- Tang H L, Zeng X R, Xiong X B, et al. Research of oxidation resistance of short carbon fiber reinforced SiC composite by hot-pressing[J]. Journal of Inorganic Materials, 2009, 24(2): 305-309.